

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Астраханский государственный университет имени В. Н. Татищева»
(Астраханский государственный университет им. В. Н. Татищева)

СОГЛАСОВАНО
Руководитель ОПОП

_____ С.Б. Носачев

«04» апреля 2024 г.

УТВЕРЖДАЮ

Заведующий кафедрой фундаментальной
и прикладной химии

_____ Л. А. Джигола

«04» апреля 2024 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

«ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА ПРИРОДНЫХ ОБЪЕКТОВ»

Составитель(и)

**Великородов А. В., профессор, доктор
химических наук, профессор;**

Согласовано с работодателями:

**Фидурова С.Н., заместитель начальника отдела
физико-химических исследований инженерно-
технического центра ООО «Газпромдобыча
Астрахань»**

**Лукин Н.В., директор МБОУ г. Астрахани
«Лицей №2»**

Направление подготовки /
специальность

**04.05.01 ФУНДАМЕНТАЛЬНАЯ И
ПРИКЛАДНАЯ ХИМИЯ**

Направленность (профиль) /
специализация ОПОП

Квалификация (степень)

Химик. Преподаватель химии

Форма обучения

очная

Год приёма

2024

Курс

3

Семестр(ы)

6

Астрахань – 2024

1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

1.1. Целью освоения дисциплины (модуля) «Электрохимические методы в современной химии» является: формирование современных представлений о фундаментальных достижениях в изучении электрохимии, овладении знаниями по электрохимическим методам применяемым в современной химии; формирование физико-химического мышления, умений и навыков научного эксперимента.

1.2. Задачи освоения дисциплины (модуля):

- приобретение студентами знаний в области электрохимических методов анализа;
- формирование навыков изучения научной литературы и официальных статистических обзоров;
- усвоение значения основных понятий, методов и законов электрохимических методов анализа;
- получение навыков решения конкретных физико-химических задач; овладение студентами навыками и умениями работы с различными измерительными приборами и научным оборудованием, с современной вычислительной техникой;
- постановкой и проведением химического эксперимента, математической обработкой результатов наблюдений и теоретической трактовкой опытных данных.

2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ) В СТРУКТУРЕ ОПОП

2.1. Учебная дисциплина (модуль) «Электрохимические методы в современной химии» относится к элективным дисциплинам и осваивается в 6 семестре.

2.2. Для изучения данной учебной дисциплины (модуля) необходимы следующие знания, умения, навыки, формируемые предшествующими учебными дисциплинами (модулями):

- неорганическая химия
- строение вещества
- аналитическая химия;
- физика;
- практикум по физико-химическим методам исследования в химии.

Знания: основы теории фундаментальных разделов химии

Умения: способность применять основные законы химии на практике и при обсуждении результатов.

Навыки и (или) опыт деятельности: владение навыками химического эксперимента; владение методами безопасного обращения с химическими материалами с учетом их физических и химических свойств, владение методами регистрации и обработки результатов химических экспериментов.

2.3. Последующие учебные дисциплины (модули) и (или) практики, для которых необходимы знания, умения, навыки, формируемые данной учебной дисциплиной (модулем):

- органическая химия;
- физическая химия;
- прикладная органическая химия;
- химическая экспертиза синтетических и природных объектов;
- коллоидная химия;
- высокомолекулярные соединения;
- биоорганическая химия;

- технический органический анализ;

3. ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ (МОДУЛЮ)

Процесс освоения дисциплины (модуля) направлен на формирование элементов следующей(их) компетенции(ий) в соответствии с ФГОС ВО и ОПОП ВО по данному направлению подготовки / специальности:

профессиональных (ПК):

ПК-2. Способен выбирать технические средства и методы испытаний (исследований) для решения поставленных задач химической направленности.

Таблица 1. Декомпозиция результатов обучения

Код компетенции	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю)		
		Знать (1)	Уметь (2)	Владеть (3)
ПК-2	ПК-2.1. Способен выбирать технические средства и методы испытаний (исследований) для решения поставленных задач химической направленности.	- технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач.	- планировать отдельные стадии исследования при наличии общего плана работы.	- навыками отбора образцов, подготовку технической документации на образцы, устанавливает нормативные значения контролируемых показателей.

4. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

Общая трудоемкость дисциплины в соответствии с учебным планом составляет 3 зачетные единицы (108 часов).

Трудоемкость отдельных видов учебной работы студентов очной формы обучения приведена в таблице 2.1.

Таблица 2.1. Трудоемкость отдельных видов учебной работы по формам обучения

Вид учебной и внеучебной работы	для очной формы обучения
Объем дисциплины в зачетных единицах	3
Объем дисциплины в академических часах	108
Контактная работа обучающихся с преподавателем (всего), в том числе (час.):	96
- занятия лекционного типа, в том числе:	32
- практическая подготовка (если предусмотрена)	
- занятия семинарского типа (семинары, практические, лабораторные), в том числе:	64
- практическая подготовка (если предусмотрена)	
- в ходе подготовки и защиты курсовой работы	

Вид учебной и внеучебной работы	для очной формы обучения
- консультация (предэкзаменационная)	
- промежуточная аттестация по дисциплине	
Самостоятельная работа обучающихся (час.)	12
Форма промежуточной аттестации обучающегося (зачет/экзамен), семестр (ы)	зачет – 6 семестр

Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и видов учебных занятий и самостоятельной работы, для каждой формы обучения представлено в таблице 2.2.

Таблица 2.2. Структура и содержание дисциплины (модуля)

для очной формы обучения										
Раздел, тема дисциплины (модуля)	Контактная работа, час.							СР, час.	Итого часов	Форма текущего контроля успеваемост и, форма промежуточ ной аттестации [по семестрам]
	Л		ПЗ		ЛР		КР / КП			
	Л	в т.ч. ПП	П З	в т.ч. ПП	Л Р	в т. ч. П П				
Семестр 6.										
Тема 1. Введение. Общая характеристика электрохимических методов анализа и синтеза. Потенциометрические методы.	6				12			2	20	Собеседова ние с разбором конкретных ситуаций. Отчет по лабораторн ой работе 1
Тема 2. Кулонометрические методы.	6				12			2	20	Собеседова ние с разбором конкретных ситуаций. Отчет по лабораторн ой работе 2
Тема 3. Вольтамперометрические методы.	6				12			2	20	Собеседова ние с разбором конкретных ситуаций. Отчет по лабораторн ой работе 3
Тема 4. Теоретические основы капиллярного электрофореза. Капиллярный	7				14			3	24	Собеседова ние с разбором

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Контактная работа, час.							СР, час.	Итого часов	Форма текущего контроля успеваемо сти, форма промежуто чной аттестации
	Л		ПЗ		ЛР		КР / КП			
	Л	в т.ч. ПП	П З	в т.ч. ПП	Л Р	в т.ч. П П				
электрофорез в анализе катионов.										конкретных ситуаций. Отчет по лабораторной работе 4
Тема 5. Капиллярный электрофорез в анализе анионов	7				14			3	24	Собеседование с разбором конкретных ситуаций. Отчет по лабораторной работе 5
Контроль промежуточной аттестации										Зачет
ИТОГО за семестр:	32				64			12	108	

Примечание: Л – лекция; ПЗ – практическое занятие, семинар; ЛР – лабораторная работа; ПП – практическая подготовка; КР / КП – курсовая работа / курсовой проект; СР – самостоятельная работа

Таблица 3. Матрица соотнесения разделов, тем учебной дисциплины (модуля) и формируемых компетенций

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Кол-во часов	Код компетенции				Общее количество компетенций
		ПК-2		...	...	
Тема 1. Введение. Общая характеристика электрохимических методов анализа и синтеза. Потенциометрические методы.	20	+				1
Тема 2. Кулонометрические методы.	20	+				1
Тема 3. Вольтамперометрические методы.	20	+				1
Тема 4. Теоретические основы капиллярного электрофореза. Капиллярный электрофорез в анализе	24	+				1

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Кол-во часов	Код компетенции				Общее количество
		ПК-2		...	...	
катионов.						
Тема 5. Капиллярный электрофорез в анализе анионов	24	+				1
Итого	108					

Краткое содержание каждой темы дисциплины (модуля)

Тема 1. Введение. Общая характеристика электрохимических методов анализа и синтеза. Потенциометрические методы. Основные понятия и терминология (самостоятельное повторение). Электрохимическая реакция (электродный процесс). Схема записи гальванической цепи. Система знаков. Выбор и классификация электродов. Прямая потенциометрия (ионометрия). Потенциометрическое титрование. Кислотно-основное титрование. Окислительно-восстановительное титрование. Осадительное титрование. Комплексонометрическое титрование. Методы потенциометрического анализа. Метрологические характеристики потенциометрических методов. Инструментальная база потенциометрического метода. Электрохимический органический синтез.

Тема 2. Кулонометрические методы. Закон Фарадея. Методы кулонометрии. Кулонометрический анализ реального объекта. Косвенная кулонометрия (кулонометрическое титрование). Характеристика кулонометрического метода. Инструменты и методики кулонометрии. Кулонометрическое титрование соляной кислоты. Кулонометрическое титрование тиосульфата.

Тема 3. Вольтамперометрические методы. Общая характеристика классической полярограммы. Методы полярографии. Потенциал полуволны, $E_{1/2}$ (В). Диффузионный ток, I (мкА). Наклон полярограммы ($\text{ctg}\alpha$, мВ). Характеристика переменноточковой полярограммы. Вольтамперометрия органических соединений. Амперометрия. Амперометрический анализ реального объекта. Характеристика амперометрического анализа. Методы и методики полярографии. Характеристика амперометрии. Общая характеристика кондуктометрических методов. Методы кондуктометрического анализа.

Тема 4. Теоретические основы капиллярного электрофореза. Капиллярный электрофорез в анализе катионов. Общая характеристика электрофоретических методов. Электрофоретические методы основаны на разделении анализируемых веществ в трубке под действием постоянного электрического поля. Метод капиллярного электрофореза (КЭФ) основан на разделении заряженных компонентов сложной смеси в кварцевом капилляре под действием приложенного электрического поля за счёт подачи высокого напряжения к концам капилляра. Основы капиллярного электрофореза. Система ввода проб в капилляр. Источник электромагнитного излучения. Система детектирования. Буферные системы и государственные стандартные образцы катионов. Калибровка. Качественное и количественное определение катионов в почвенной вытяжке и в воде.

Тема 5. Капиллярный электрофорез в анализе анионов. Буферные смеси, государственные стандартные образцы эталонов анионов. Калибровка. Качественное и количественное определение в почвенной вытяжке и в воде. Капиллярный электрофорез в анализе органических веществ.

5. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ПРЕПОДАВАНИЮ И ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

5.1. Указания для преподавателей по организации и проведению учебных занятий по дисциплине (модулю)

Лекционные и практические занятия проводятся по расписанию. Промежуточный контроль знаний предусматривает опрос и тестирование.

5.2. Указания для обучающихся по освоению дисциплины (модулю)

Перечень учебно-методического обеспечения для обучающихся по дисциплине:

1. Муравьева, И. В. Методы контроля и анализа веществ : потенциометрический метод контроля и анализа веществ / И. В. Муравьева, О. Л. Скорская – Москва : МИСиС, 2012. – 45 с. – ISBN 978-5-87623-589-3. – Текст : электронный // ЭБС «Консультант студента» : [сайт]. – URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785876235893.html> (ЭБС «Консультант студента»)
2. Коренман, Я. И. Практикум по аналитической химии. Анализ пищевых продуктов. В 4-х книгах. Книга 3. Электрохимические методы анализа. / Коренман Я. И. – 2-е изд., перераб. И доп. – Москва : КолосС, 2013. – 232 с. (Учебники и учебные пособия для студентов высш. Учеб. заведений.) – ISBN 5-9532-0297-0. – Текст : электронный // ЭБС «Консультант студента» : [сайт]. – URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN5953202970.html> (ЭБС «Консультант студента»)
3. Лупенко, Г. К. Физико-химические методы анализа : Лабораторный практикум : учеб. – метод. Пособие / Г. К. Лупенко, А. И. Апарнев, Т. П. Александрова, А. А. Казакова – Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2010. – 87 с. – ISBN 978-5-7782-1543-6. – Текст : электронный // ЭБС «Консультант студента» : [сайт]. – URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785778215436.html> (ЭБС «Консультант студента»)
4. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа / Ю. Я. Харитонов – Москва : ГЭОТАР-Медиа, 2014. – 656 с. – ISBN 978-5-9704-2941-9. – Текст : электронный // ЭБС «Консультант студента» : [сайт]. – URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429419.html> (ЭБС «Консультант студента»)
5. Александрова, Т. П. Физико-химические методы анализа : учеб. –метод. Пособие / Александрова Т. П., Апарнев А. И. – Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2016. – 88 с. – ISBN 978-5-7782-2846-6. – Текст : электронный // ЭБС «Консультант студента» : [сайт]. – URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785778228467.html> (ЭБС «Консультант студента»)
7. Сальникова, Е. В. Инструментальные методы анализа. Теоретические основы и практическое применение : учебное пособие / Сальникова Е. В. – Оренбург : ОГУ, 2017. – 121 с. – ISBN 978-5-7410-1725-8. – Текст : электронный // ЭБС «Консультант студента» : [сайт]. – URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785741017258.html> (ЭБС «Консультант студента»)
8. Бёккер, Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика : методы хроматографии и капиллярного электрофореза / Бёккер Ю. - М. Техносфера, 2009. - 472 с. - ISBN 978-5-94836-212-0. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785948362120.html> (ЭБС «Консультант студента»)

Таблица 4. Содержание самостоятельной работы обучающихся

для очной формы обучения

Вопросы, выносимые на самостоятельное изучение	Кол-во часов	Форма работы
1. Общая характеристика электрохимических методов анализа	2	лаб. работа
2. Кулонометрическое титрование соляной кислоты	2	лаб. работа
3. Вольтамперометрия органических соединений.	2	лаб. работа
4. Теоретические основы капиллярного электрофореза.	3	лаб. работа
5. Капиллярный электрофорез в анализе анионов почвы	3	лаб. работа

5.3. Виды и формы письменных работ, предусмотренных при освоении дисциплины (модуля), выполняемые обучающимися самостоятельно: тестирование.

6. ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ И ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

В соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки реализация компетентного подхода предусматривает широкое использование в учебном процессе активных и интерактивных форм проведения занятий (разбора конкретных ситуаций, круглых столов и пр.) в сочетании с внеаудиторной работой с целью формирования и развития требуемых компетенций обучающихся.

Лабораторные работы и подбор выполняемых экспериментальных работ направлены на формирование у обучающихся умения и навыков в области органической химии. Формированию профессиональных компетенций выпускников способствует выполнение отдельных экспериментальных работ по научной тематике кафедры.

6.1. Образовательные технологии

Таблица 5. Образовательные технологии, используемые при реализации учебных занятий

Раздел, тема дисциплины (модуля)	Форма учебного занятия		
	Лекция	Практическое занятие, семинар	Лабораторная работа
Тема 1. Введение. Общая характеристика электрохимических методов анализа. Потенциометрические методы.	Лекция-презентация	Не предусмотрено	Лабораторная работа 1
Тема 2. Кулонометрические методы.	Лекция-презентация	Не предусмотрено	Лабораторная работа 2
Тема 3. Вольтамперометрические методы.	Лекция-презентация	Не предусмотрено	Лабораторная работа 3
Тема 4. Теоретические основы капиллярного электрофореза. Капиллярный электрофорез в анализе катионов.	Лекция-презентация	Не предусмотрено	Лабораторная работа 4
Тема 5. Капиллярный электрофорез в анализе анионов		Не предусмотрено	Лабораторная работа 5

Учебные занятия по дисциплине (модулю) могут проводиться с применением информационно-телекоммуникационных сетей при опосредованном (на расстоянии) интерактивном взаимодействии обучающихся и преподавателя в режимах online и (или) offline

в формах видеолекций, лекций-презентаций, видеоконференции, собеседования в режиме форума, чата, выполнения виртуальных практических и (или) лабораторных работ и др.

6.2. Информационные технологии

Информационные технологии, используемые при реализации различных видов учебной и внеучебной работы:

- использование возможностей интернета в учебном процессе (рассылка заданий, предоставление выполненных работ, ответы на вопросы, ознакомление обучающихся с оценками и т.д.);
- использование электронных учебников и различных сайтов (например, электронных библиотек, журналов и т.д.) как источников информации;
- использование возможностей электронной почты преподавателя;
- использование средств представления учебной информации (электронных учебных пособий и практикумов, применение новых технологий для проведения очных (традиционных) лекций и семинаров с использованием презентаций и т.д.);
- использование интегрированных образовательных сред, где главной составляющей являются не только применяемые технологии, но и содержательная часть, т.е. информационные ресурсы (доступ к мировым информационным ресурсам, на базе которых строится учебный процесс);
- использование виртуальной обучающей среды (LMS Moodle «Электронное образование») или иных информационных систем, сервисов и мессенджеров.

6.3. Программное обеспечение, современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы

6.3.1. Программное обеспечение

Наименование программного обеспечения	Назначение
Adobe Reader	Программа для просмотра электронных документов
Платформа дистанционного обучения LMS Moodle	Виртуальная обучающая среда
Mozilla FireFox	Браузер
Microsoft Office 2013, Microsoft Office Project 2013, Microsoft Office Visio 2013	Пакет офисных программ
7-zip	Архиватор
Microsoft Windows 10 Professional	Операционная система
Kaspersky Endpoint Security	Средство антивирусной защиты
Google Chrome	Браузер
Notepad++	Текстовый редактор
OpenOffice	Пакет офисных программ
Opera	Браузер
Paint .NET	Растровый графический редактор
Scilab	Пакет прикладных математических программ

Наименование программного обеспечения	Назначение
Microsoft Security Assessment Tool. Режим доступа: http://www.microsoft.com/ru-ru/download/details.aspx?id=12273 (Free)	Программы для информационной безопасности
Windows Security Risk Management Guide Tools and Templates. Режим доступа: http://www.microsoft.com/en-us/download/details.aspx?id=6232 (Free)	
R	Программная среда вычислений
VirtualBox	Программный продукт виртуализации операционных систем
VLC Player	Медиапроигрыватель
WinDjView	Программа для просмотра файлов в формате DJV и DjVu

6.3.2. Современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы

<i>Наименование современных профессиональных баз данных, информационных справочных систем</i>	
<u>Универсальная справочно-информационная полнотекстовая база данных периодических изданий ООО «ИВИС»</u> http://dlib.eastview.com Имя пользователя: AstrGU Пароль: AstrGU	
Электронные версии периодических изданий, размещённые на сайте информационных ресурсов www.polpred.com	
Электронный каталог Научной библиотеки АГУ на базе MARK SQL НПО «Информ-систем» https://library.asu.edu.ru/catalog/	
Электронный каталог «Научные журналы АГУ» https://journal.asu.edu.ru/	
Корпоративный проект Ассоциации региональных библиотечных консорциумов (АРБИКОН) «Межрегиональная аналитическая роспись статей» (МАРС) – сводная база данных, содержащая полную аналитическую роспись 1800 названий журналов по разным отраслям знаний. Участники проекта предоставляют друг другу электронные копии отсканированных статей из книг, сборников, журналов, содержащихся в фондах их библиотек. http://mars.arbicon.ru	
Справочная правовая система КонсультантПлюс.	

*Наименование современных профессиональных баз данных,
информационных справочных систем*

Содержится огромный массив справочной правовой информации, российское и региональное законодательство, судебную практику, финансовые и кадровые консультации, консультации для бюджетных организаций, комментарии законодательства, формы документов, проекты нормативных правовых актов, международные правовые акты, правовые акты, технические нормы и правила.

<http://www.consultant.ru>

Перечень электронно-библиотечных систем (ЭБС)

на 2024–2025 учебный год

<i>Наименование ЭБС</i>
Цифровой образовательный ресурс IPRsmart: - ЭОР № 1 – программа для ЭВМ «Автоматизированная система управления цифровой библиотекой IPRsmart»; - ЭОР № 2 – электронно-образовательный ресурс для иностранных студентов «РУССКИЙ КАК ИНОСТРАННЫЙ» www.iprbookshop.ru
Электронно-библиотечная система BOOK.ru https://book.ru
Образовательная платформа ЮРАЙТ, https://urait.ru/
Электронная библиотека «Астраханский государственный университет» собственной генерации на платформе ЭБС «Электронный Читальный зал – БиблиоТех» https://biblio.asu.edu.ru <i>Учётная запись образовательного портала АГУ</i>
Электронно-библиотечная система (ЭБС) ООО «Политехресурс» «Консультант студента» Многопрофильный образовательный ресурс «Консультант студента» является электронной библиотечной системой, предоставляющей доступ через Интернет к учебной литературе и дополнительным материалам, приобретённым на основании прямых договоров с правообладателями. Каталог содержит более 15 000 наименований изданий. www.studentlibrary.ru <i>Регистрация с компьютеров АГУ</i>
Электронно-библиотечная система (ЭБС) ООО «Политехресурс» «Консультант студента» Для кафедры восточных языков факультета иностранных языков. Многопрофильный образовательный ресурс «Консультант студента» является электронной библиотечной системой, предоставляющей доступ через Интернет к учебной литературе и дополнительным материалам, приобретённым на основании прямых договоров с правообладателями по направлению «Восточные языки» www.studentlibrary.ru

Наименование ЭБС
Регистрация с компьютеров АГУ

7. ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ И ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ ПО ДИСЦИПЛИНЕ (МОДУЛЮ)

7.1. Паспорт фонда оценочных средств

При проведении текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине (модулю) «Электрохимические методы в современной химии» проверяется сформированность у обучающихся компетенций, указанных в разделе 3 настоящей программы. Этапность формирования данных компетенций в процессе освоения образовательной программы определяется последовательным освоением дисциплин (модулей) и прохождением практик, а в процессе освоения дисциплины (модуля) – последовательным достижением результатов освоения содержательно связанных между собой разделов, тем.

Таблица 6. Соответствие разделов, тем дисциплины (модуля), результатов обучения по дисциплине (модулю) и оценочных средств

Контролируемый раздел, тема дисциплины (модуля)	Код контролируемой компетенции	Наименование оценочного средства
Тема 1. Введение. Общая характеристика электрохимических методов анализа. Потенциометрические методы.	ПК-2	Собеседование с разбором конкретных ситуаций. Отчет по лабораторной работе 1
Тема 2. Кулонометрические методы.	ПК-2	Собеседование с разбором конкретных ситуаций. Отчет по лабораторной работе 2
Тема 3. Вольтамперометрические методы.	ПК-2	Собеседование с разбором конкретных ситуаций. Отчет по лабораторной работе 3
Тема 4. Теоретические основы капиллярного электрофореза. Капиллярный электрофорез в анализе катионов.	ПК-2	Собеседование с разбором конкретных ситуаций. Отчет по лабораторной работе 4
Тема 5. Капиллярный электрофорез в анализе анионов	ПК-2	Собеседование с разбором конкретных ситуаций. Отчет по лабораторной работе 5

7.2. Описание показателей и критериев оценивания компетенций, описание шкал оценивания

Таблица 7. Показатели оценивания результатов обучения в виде знаний

Шкала оценивания	Критерии оценивания
5 «отлично»	демонстрирует глубокое знание теоретического материала, умение обоснованно излагать свои мысли по обсуждаемым вопросам, способность полно, правильно и аргументированно отвечать на вопросы, приводить примеры
4 «хорошо»	демонстрирует знание теоретического материала, его последовательное изложение, способность приводить примеры, допускает единичные ошибки, исправляемые после замечания преподавателя
3 «удовлетворительно»	демонстрирует неполное, фрагментарное знание теоретического материала, требующее наводящих вопросов преподавателя, допускает существенные ошибки в его изложении, затрудняется в приведении примеров и формулировке выводов
2 «неудовлетворительно»	демонстрирует существенные пробелы в знании теоретического материала, не способен его изложить и ответить на наводящие вопросы преподавателя, не может привести примеры

Таблица 8. Показатели оценивания результатов обучения в виде умений и владений

Шкала оценивания	Критерии оценивания
5 «отлично»	демонстрирует способность применять знание теоретического материала при выполнении заданий, последовательно и правильно выполняет задания, умеет обоснованно излагать свои мысли и делать необходимые выводы
4 «хорошо»	демонстрирует способность применять знание теоретического материала при выполнении заданий, последовательно и правильно выполняет задания, умеет обоснованно излагать свои мысли и делать необходимые выводы, допускает единичные ошибки, исправляемые после замечания преподавателя
3 «удовлетворительно»	демонстрирует отдельные, несистематизированные навыки, испытывает затруднения и допускает ошибки при выполнении заданий, выполняет задание по подсказке преподавателя, затрудняется в формулировке выводов
2 «неудовлетворительно»	не способен правильно выполнить задания

7.3. Контрольные задания и иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения по дисциплине (модулю)

Тема 1. Введение. Общая характеристика электрохимических методов анализа. Потенциометрические методы.

Лабораторная работа 1

Определение соляной и уксусной кислот в растворе при их совместном присутствии

Реактивы: и аппаратура:

Гидроксид натрия, 0,1 М стандартный раствор, ацетон, рН-метр, индикаторный электрод, стеклянный и электрод сравнения (хлоридсеребряный).

Выполнение определения:

В стакан для титрования помещают aliquоту анализируемой смеси –соляной и уксусной кислот, прибавляют 20-30 мл дистиллированной воды. Проводят ориентировочное титрование, обнаруживая два скачка рН: первый – небольшой и второй – основной.

При точном титровании в водной среде стандартный раствор щелочи прибавляют равными порциями по 6 капель вблизи первого скачка pH, обнаруживаемого при ориентировочном титровании.

Отсутствие заметного первого скачка потенциала не позволяет установить точный расход раствора щелочи на титрование соляной кислоты. Вблизи второго скачка титруют порциями раствора щелочи по две капли, тем самым устанавливают объем титранта, соответствующий суммарному содержанию обеих кислот (V1).

Содержание соляной кислоты определяют в водно-ацетоновой среде, прибавляя к аликвотной части испытуемого раствора двойной объем ацетона и титруя стандартным раствором щелочи порциями по шесть капель в области первого скачка (V2).

Содержание соляной кислоты (г) рассчитывают с учетом объема V2, а уксусной кислоты – по разности объемов титранта, затраченного на суммарное титрование обеих кислот в водной среде и на титрование соляной кислоты в водно-ацетоновой среде (V1 – V2).

Вопросы для собеседования по теме 1

1. Основные понятия и терминология (самостоятельное повторение). Электрохимическая реакция (электродный процесс). Схема записи гальванической цепи. Система знаков.
2. Выбор и классификация электродов.
3. Прямая потенциометрия (ионометрия). Потенциометрическое титрование. Кислотно-основное титрование. Окислительно-восстановительное титрование.
4. Осадительное титрование. Комплексонометрическое титрование. Методы потенциометрического анализа.
5. Метрологические характеристики потенциометрических методов. Инструментальная база потенциометрического метода.

Тема 2. Кулонометрические методы.

Лабораторная работа 2

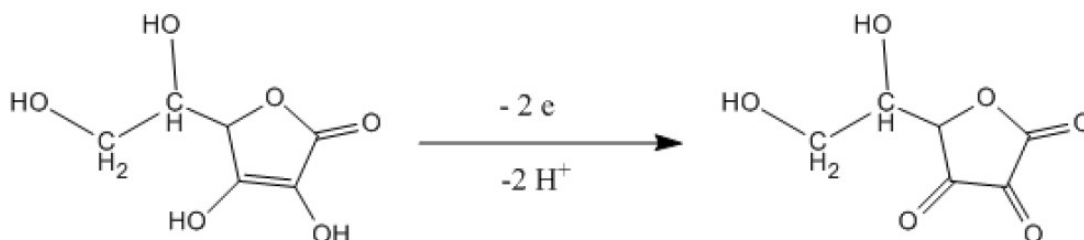
Кулонометрическое титрование

Определение содержания аскорбиновой кислоты в растворе

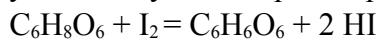
Цель работы: ознакомление с методикой кулонометрического титрования с бипотенциометрической индикацией точки эквивалентности на анализаторе кулонометрическом «Эксперт-006».

I. Сущность метода определения

В основу метода кулонометрического определения аскорбиновой кислоты положена ее способность к быстрому окислению:

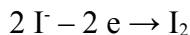


В качестве окислителя в данном методе используется элементарный йод, который количественно переводит аскорбиновую кислоту в дегидроаскорбиновую кислоту по реакции:



Йод генерируется на аноде электрохимической ячейки непосредственно в титруемом растворе из йодида калия, добавляемого в раствор с достаточным избытком, чтобы избежать

смещения электродного потенциала и тем самым обеспечить 100 % выход по току требуемой анодной реакции:



На катоде, отделенном от анода пористой диафрагмой, идет восстановление ионов водорода: $2 \text{H}^+ + 2 \text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$.

Бипотенциометрическая индикация точки эквивалентности в данном варианте обеспечивается благодаря резкому росту ЭДС индикаторной системы на основной стадии электролиза.

Количество электричества (Q , Кл), затраченного на генерацию йода, определяется прибором автоматически на основании уравнения:

$$Q = \int_0^t I dt.$$

Число моль–эквивалентов ($v_{1/z}$, моль) определяемого вещества, находящегося в растворе, вычисляется как:

$$v_{1/z} = \frac{Q}{F}.$$

Искомая концентрация ($C_{1/z \text{ аск.к.}}$, моль/дм³) определяется из выражения:

$$C_{1/z \text{ аск.к.}} = \frac{Q}{F \cdot V_{\text{пип}} \cdot 10^{-3}},$$

а масса (г):

$$m_{\text{аск.к.}} = \frac{Q \cdot M_{1/z \text{ аск.к.}}}{F} \cdot \frac{V_{\text{к}}}{V_{\text{пип}}},$$

где $M_{1/z \text{ аск.к.}}$ – молярная масса эквивалента аскорбиновой кислоты, г/моль; $V_{\text{к}}$ – вместимость мерной колбы с анализируемой пробой, см³; $V_{\text{пип}}$ – объем раствора пробы, отобранный пипеткой для анализа, см³.

II. Объект анализа – раствор аскорбиновой кислоты с концентрацией 0,010 – 0,050 моль/дм³.

III. Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

анализатор кулонометрический «Эксперт–006»; магнитная мешалка; электрохимическая ячейка, включающая пару генераторных электродов и двухэлектродную индикаторную систему, используемую для потенциометрического определения конечной точки титрования; цилиндры, мензурки, колбы по ГОСТ 1770–74; бюретки, пипетки по ГОСТ 20292–74Е; калий иодистый, по ГОСТ 4232, 10 % раствор; вода дистиллированная, ГОСТ 6709–72.

IV. Подготовка кулонометра к работе

Управление работой анализатора осуществляется клавиатурой (табл. 1), расположенной на его лицевой панели.

Таблица 1

Функции клавиш клавиатуры кулонометра

Клавиша	Назначение	Клавиша	Назначение
№ 1 ◁	- Ввод цифры «1»; - изменение номера программы	«ВКЛ»	Включение анализатора
№ 2 «M/V»	- Ввод цифры «2»; - ввод массы пробы	«ОТКЛ»	Выключение анализатора
№ 3 ▷	- Ввод цифры «3»; - изменение номера программы	«ДИАП – »	- Вывод знака «–»; - Выбор диапазона титрующего тока (5 или 50 мА)
№ 4	Ввод цифры «4»;	1 ►	Увеличение но-
«ИЗМ»	запуск измерения (калибровки)		- мера измерений на единицу; - переход к следующему параметру измерений

№ 5 «ВИД»	- Ввод цифры «5»; - выбор режима индикации (цифровая буквенная или графическая)	2 ◀	- Уменьшение номера измерений на единицу; - переход к предыдущему параметру измерений
№ 6 «ИЗМ ДРФ»	- Ввод цифры «6»; - запуск программы измерения дрейфа	«ДРФ ▣»	- Ввод десятичной точки; - режим учета дрейфа
№ 7 «ЧИСЛ»	- Ввод цифры «7»; - ввод численных значений	«ВВОД»	- Ввод численного значения параметра; - пересчет измерения
№ 8 Φ1	- Ввод цифры «8»; - ввод численных значений (которые указаны через дефис)	«ОТМ»	- Отмена команды; - выход из режимов на ступень вверх
№ 9 «ПРМ»	- Ввод цифры «9»; - вход в режим просмотра и установки параметров	№ 0 	- Ввод цифры «0»; - активация и отключение подсветки дисплея

1. Включают анализатор, нажав на лицевой панели анализатора клавишу «ВКЛ». На дисплее высветится фирменный знак предприятия – производителя, а затем отобразятся установочные параметры анализатора.

2. Для входа в режим просмотра и корректировки параметров, нажимают клавишу «ПРМ». Для просмотра параметров в возрастающем порядке используется клавиша «▶», в обратном – клавиша «◀». Лабораторная работа проводится по программе №4 и следующим параметрам:

Наименование параметра	Единицы измерений	Величина параметра
Диапазон	мг	100
Уровень	мВ	40

измерения		
Уровень	мВ	(100) 200
уменьшения		
Начальный	%	20
ток		
Основной ток	%	20
Конечный ток	%	10
Время	с	30
перемешивани		
я		
Тип индикации	Бипотенциометрическ ий	
Эквивалент	г/моль	176:2 = 88
аскорби-новой		
кислоты		

В диапазоне (0 – 100) мг содержания вещества в пробе максимальная сила основного тока генерации $I = 50$ мА.

Уровень измерения – клавишей «Ф1» устанавливают *исходное* и *конечное* значения потенциала индикаторной системы. После запуска измерений клавишей «ИЗМ» анализатор, пропуская через фоновый электролит начальный ток, автоматически доводит потенциал индикаторной системы до *уровня измерения*. *Исходное значение* в то же время является *конечным*, т. е. основной процесс электролиза происходит до тех пор, пока потенциал индикаторной системы не будет равен *исходному значению*.

Уровень уменьшения – клавишей «ЧИСЛ» устанавливают значение потенциала индикаторной системы, при достижении которого после вливания анализируемого раствора начинается основная стадия электролиза. В то же время при данном значении потенциала индикаторной системы в финальной стадии электролиза автоматически производится уменьшение силы тока при приближении к точке эквивалентности. Это позволяет повысить точность измерения вследствие компенсации инерционности индикаторной системы.

Начальный ток – значение силы тока (в % от максимального тока диапазона). Начальный ток пропускается через электролит до внесения пробы для достижения заданных начальных условий. Для изменения нажимают клавишу «ЧИСЛ» и с клавиатуры вводят нужное число.

Основной ток – значение силы тока (в % от максимального тока диапазона). Основной ток используется для проведения основной ($\approx 90 - 98$ %) стадии электролиза, пока электродная разность потенциалов индикаторной системы не снизится до *уровня уменьшения*. Для изменения нажимают клавишу «Ф1» и с клавиатуры вводят нужное число.

Конечный ток – значение силы тока (в % от максимального тока диапазона). Конечный ток используется для проведения финальной ($\approx 2 - 10$ %) стадии электролиза после снижения разности потенциалов индикаторной системы ниже *уровня уменьшения*. Для изменения нажимают клавишу «ПРМ» и с клавиатуры вводят нужное число.

Время перемешивания – промежуток времени между достижением разности потенциалов индикаторной системы, соответствующей *уровню уменьшения* (порогу срабатывания) после внесения пробы и началом пропуска основного тока. Для ввода требуемого значения нажимают клавишу «ЧИСЛ», и с клавиатуры вводят нужное число.

3. Для выхода из режима просмотра и установки параметров измерений нажимают клавишу «ОТМ». На дисплее появится изображение с новыми, вновь установленными значениями параметров.

4. Ввод массы навески анализируемой пробы осуществляется без входа в режим просмотра и установки параметров, просто нажимают клавишу «М/V» и следуют указаниям, появляющимся на дисплее. После ввода нужного значения для единичной навески или одинакового значения навески пробы для серии измерений нажимают клавишу «ВВОД».

IV. Выполнение измерений

Электрохимическую ячейку заполняют 50 см³ фонового раствора электролита. Помещают электроды в соответствующие гнезда ячейки. Включают кулонометр и проверяют установленные параметры. Включают магнитную мешалку.

На лицевой панели кулонометра нажимают клавишу «ИЗМ». На дисплее появится сообщение «Установка в начало». Через электролит пойдет ток до тех пор, пока потенциал индикаторной системы не достигнет *уровня измерения*.

На дисплее появится сообщение «Введите пробу». В анодную камеру ячейки вводят требуемую порцию исследуемого раствора. Зафиксировав скачок потенциала индикаторной системы, прибор включится в режим перемешивания. Затем прибор в режиме «Измерение» оттитрует внесенную порцию исследуемого раствора, и на дисплее появится сообщение «Результат измерения».

Списывают с дисплея значение количества электричества, затраченного на титрование, вносят его в табл. 4.2 и нажимают клавишу «ОТМ» для перевода прибора в исходную позицию. Не меняя фонового раствора, проводят трижды операцию титрования. Для трех измерений рассчитывают содержание аскорбиновой кислоты в растворе по формуле, представленной в п. I данной лабораторной работы, после чего устанавливают среднее содержание.

V. Выводы

В выводах анализируются полученные результаты работы и делается заключение о качестве ее проведения. Отчет по работе представляется в форме, указанной в приложении.

Таблица.2

Результаты кулонометрического титрования раствора аскорбиновой кислоты

№ измерения	Объем пробы, V , см ³	Количество электричества, Q , Кл	Результат расчета, C , моль/дм ³
1			
2			
3			
Среднее			

Вопросы для собеседования по теме 2

1. Закон Фарадея. Методы кулонометрии.
2. Кулонометрический анализ реального объекта.
3. Косвенная кулонометрия (кулонометрическое титрование). Характеристика кулонометрического метода.
4. Инструменты и методики кулонометрии.
5. Кулонометрическое титрование соляной кислоты.
6. Кулонометрическое титрование тиосульфата.

Тема 3. Вольтамперометрические методы.

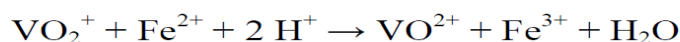
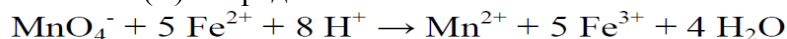
Лабораторная работа 3

Определение перманганата калия и ванадата аммония в растворе

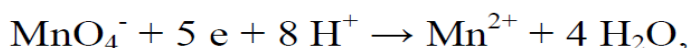
Цель работы: ознакомление с методикой амперометрического титрования с двумя поляризованными электродами.

I. Сущность метода определения

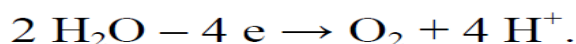
Определение перманганат- и ванадат-ионов основано на титровании исследуемого раствора раствором соли железа (II). Определяемые ионы восстанавливаются по уравнениям:



В титруемый раствор погружают два одинаковых платиновых микроэлектрода, на которые накладывается потенциал от внешнего источника величиной порядка 0,5 В. На первой стадии титрования на катоде будет происходить восстановление перманганат-ионов:



на аноде – окисление молекул воды с выделением кислорода:



Сила катодного тока I_k , лимитируемая скоростью катодного восстановления перманганат-ионов (рис. 1, кривая 1), по мере уменьшения их концентрации будет уменьшаться практически до нуля. Соответственно будет снижаться и величина анодного тока I_a . Минимальное значение силы тока соответствует объему раствора Fe^{2+} (V_1), при котором все перманганат-ионы будут оттитрованы (рис. 2, участок до V_1).

Окислительная способность раствора снизится, потенциалы анода и катода сместятся в отрицательную сторону. Но напряжение на ячейке величиной 0,5 В недостаточно, чтобы поляризовать электроды до значений, обеспечивающих катодный процесс восстановления ванадат-ионов и анодный процесс окисления воды (рис. 1, кривая 2). Ток в этом случае будет близок или равен нулю (рис. 2, участок между V_1 и V_2) вплоть до полного восстановления ванадат-ионов:

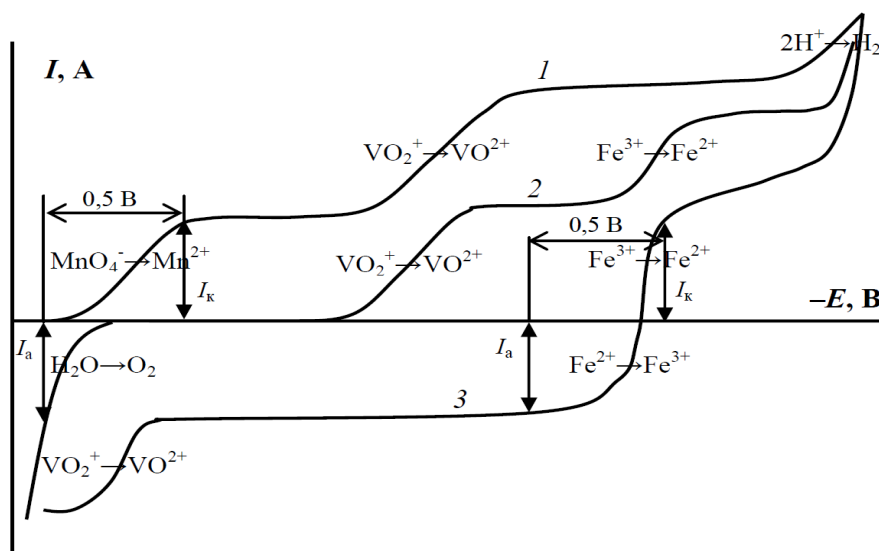
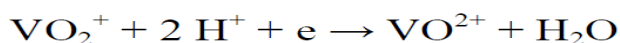


Рис. 1. Суммарные кривые $I - E$ при титровании раствора, содержащего ионы MnO_4^- и VO_2^+ , раствором Fe^{2+}

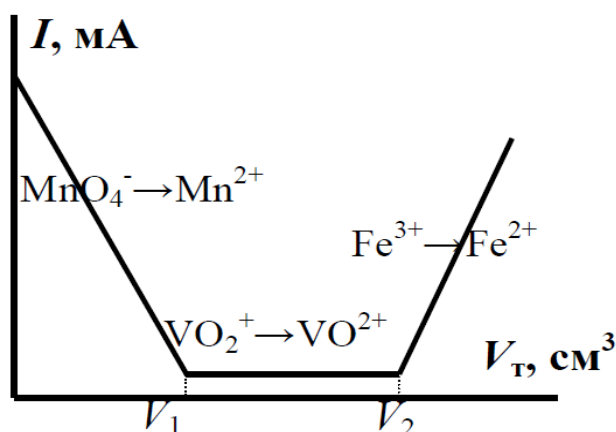


Рис. 2. Кривая титрования MnO_4^- и VO_2^+ раствором Fe^{2+}

При появлении избыточных ионов Fe^{2+} сила тока будет резко возрастать, так как образуется хорошо обратимая система: $\text{Fe}^{3+} + e \leftrightarrow \text{Fe}^{2+}$ (рис. 1, кривая 3)

Катодное восстановление Fe^{3+} и анодное окисление Fe^{2+} будут проходить без заметного перенапряжения на электродах. На этой стадии титрование заканчивают. На кривой титрования (рис. 2) первая точка эквивалентности отчетливо проявляется по достижении минимума тока, а вторая – по резкому его возрастанию.

II. Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы: Установка для амперометрического титрования (рис. 3); цилиндры, мензурки, колбы по ГОСТ 1770–74; бюретки, пипетки по ГОСТ 20292–74Е; вода дистиллированная по ГОСТ 6709–72; аммоний–железо (II) сернокислый, 6–водный по ГОСТ 4208–80 (соль Мора), раствор с концентрацией по Fe 0,100 моль/дм³; дихромат калия по ГОСТ–2652–78, раствор дихромата калия с концентрацией $C_{1/z} = 0,100$ моль/дм³, первичный стандарт; кислота серная по ГОСТ 4204–77, «х.ч.», раствор H_2SO_4 с концентрацией $C = 1$ моль/дм³.

III. Алгоритм выполнения измерений

1. Раствор соли Мора с молярной концентрацией эквивалента $C(1/z \text{ Fe}^{2+}) = 0,100$ моль/дм³ готовят растворением 40 г соли Мора в 500 см³ дистиллированной воды, прибавляют 50 см³ концентрированной серной кислоты и разбавляют водой до 1,0 дм³. Полученным раствором заполняют бюретку для титрования. Стандартизуют по стандартному раствору дихромата калия.

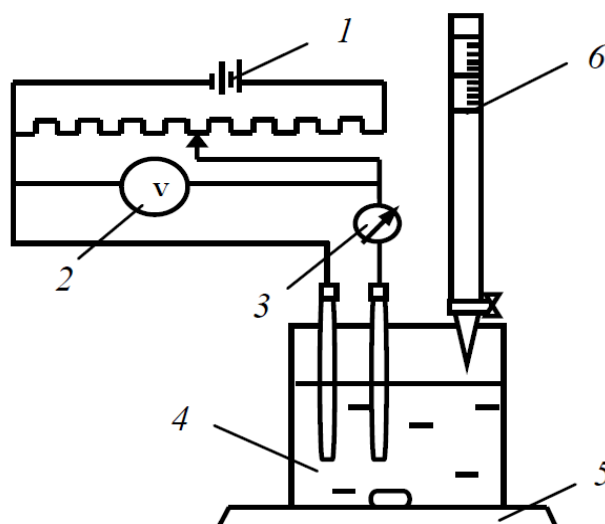


Рис. 3. Схема установки для амперометрического титрования перманганат- и ванадат-ионов:

1 – стабилизированный источник постоянного тока; 2 – вольтметр; 3 – микроамперметр; 4 – электрохимическая ячейка; 5 – магнитная мешалка; 6 – бюретка с раствором соли Мора

2. Полученный у преподавателя анализируемый раствор в мерной колбе вместимостью 50,0 см³ разбавляют дистиллированной водой до метки, перемешивают и отбирают пипеткой 5,0 – 10,0 см³ в стакан для титрования вместимостью 100 см³. В этот же стакан вливают 20 см³ 1 М раствора серной кислоты и 10 – 20 см³ дистиллированной воды.

3. На электрохимической ячейке устанавливают с помощью стабилизированного источника постоянного тока напряжение 0,5 В. Ставят стакан на магнитную мешалку, опустив в него магнитный стержень для перемешивания и платиновые или графитовые электроды так, чтобы они были погружены в раствор на 0,5 – 1,0 см и не касались магнитного якоря. Включают магнитную мешалку и приступают к титрованию. Первое титрование можно провести для ориентировочного определения точек эквивалентности, добавляя соль Мора порциями по 0,5 см³. При следующих титрованиях вблизи точек эквивалентности объем титранта следует добавлять по 0,1 см³, чтобы снизить погрешность определений.

IV. Обработка результатов анализа

По данным эксперимента строят кривую титрования $I - V_{\text{сМ}}$ (рис.1). После определения по кривой титрования объема раствора соли Мора, затраченного на титрование перманганата калия (V_1 , см³) и ванадата аммония ($V_2 - V_1$, см³), проводят расчет их массового содержания (г) по формулам:

$$m_{\text{KMnO}_4} = \frac{C_{1/2\text{Fe}} \cdot V_1 \cdot M(1/2 \text{KMnO}_4)}{1000} \cdot \frac{V_{\text{к}}}{V_{\text{ппп}}}$$

$$m_{\text{NH}_4\text{VO}_3} = \frac{C_{1/2\text{Fe}} \cdot (V_2 - V_1) \cdot M(1/2 \text{NH}_4\text{VO}_3)}{1000} \cdot \frac{V_{\text{к}}}{V_{\text{ппп}}},$$

где $CI/z \text{ Fe}$ – молярная концентрация эквивалента стандартизованного раствора железа (соли Мора), моль/дм³; $M(1/z \text{ KMnO}_4)$ – молярная масса эквивалента перманганата калия, г/моль; $M(1/z \text{ NH}_4\text{VO}_3)$ – молярная масса эквивалента ванадата аммония, г/моль; V_k – вместимость мерной колбы с пробой, см³; $V_{\text{пип}}$ – объем пробы, отобранный пипеткой для титрования, см³.

Для получения достоверных результатов титрование следует повторить 3–4 раза. Данные единичных измерений и результаты вычислений заносят в табл. 1.

Таблица 1

№ п/п	Объем раствора соли Мора		Вычисленная масса	
	В первой ТЭ, V_1 , см ³	Во второй ТЭ, V_2 , см ³	$m(\text{KMnO}_4)$, г	$m(\text{NH}_4\text{VO}_3)$, г
1				
2				
3				
4				

Для оценки качества проведенных измерений проводят статистическую обработку вычисленных масс и результаты анализа представляют в следующем виде:

$$(m_{\text{KMnO}_4} \pm \Delta m_{\text{KMnO}_4}) \text{ г, } S_r \%$$

$$(m_{\text{NH}_4\text{VO}_3} \pm \Delta m_{\text{NH}_4\text{VO}_3}) \text{ г, } S_r \%$$

V. В выводах дается анализ проделанной работы на основании полученных экспериментальных результатов.

Вопросы для собеседования по теме 3

1. Общая характеристика классической полярограммы. Методы полярографии.
2. Потенциал полуволны, $E_{1/2}$ (В). Диффузионный ток, I (мкА). Наклон полярограммы ($\text{ctg}\alpha$, мВ).
3. Характеристика переменноточковой полярограммы.
4. Вольтамперометрия органических соединений.
5. Амперометрия. Амперометрический анализ реального объекта. Характеристика амперометрического анализа.
- 6 Методы и методики полярографии. Характеристика амперометрии.
7. Общая характеристика кондуктометрических методов. Методы кондуктометрического анализа.

Лабораторная работа 4

Качественное и количественное определение катионов методом капиллярного электрофореза

Оборудование и реактивы

система КЭ «КАПЕЛЬ-105» (любая модификация) с положительной полярностью высокого напряжения; ГСО растворов катионов: аммония, калия, натрия, лития, магния, стронция, бария, кальция (1 мг/мл); кислота соляная, х.ч.; кислота винная, ч.д.а.; натрия гидроксид, х.ч.; бензимидазол (БИА), ч.; 18-краун-6, ч.д.а., имп.

Подготовить систему капиллярного электрофореза к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Полученный диализат или отогнанную пробу фильтруют через мембранный

фильтр. Затем в сухую пробирку Эппендорфа помещают 0,5 мл отфильтрованной пробы и проводят дегазацию с помощью центрифугирования или вакуумирования. Далее выполняют анализ в соответствии с рекомендуемыми условиями:

Рабочий буфер: 20 мМ БИА, 4 мМ винная кислота, 2 мМ 18-краун-6.

Капилляр: Лэфф/ Лобц = 50/ 60 см, ID= 75 мкм

Ввод пробы: 300 мбар·с

Напряжение: +13 кВ

Детектирование: 267 нм, косвенное.

Время ввода пробы: 5 секунд

Время анализа: 15 минут

По окончании анализа проверяют правильность идентификации и разметки пиков. Пример электрофореграммы представлен на рисунке ниже.

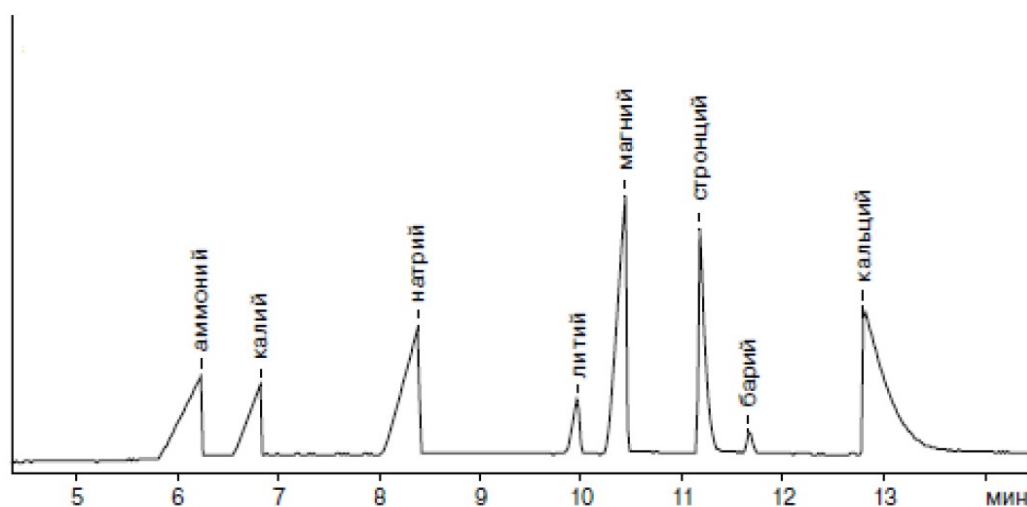


Рис. Пример электрофореграммы калибровочной смеси

После каждого анализа капилляр обязательно промывается буферным раствором. Все данные заносятся в лабораторный журнал.

По окончании эксперимента делается вывод о количественном содержании катионов в пробе.

Лабораторная работа 5

Качественное и количественное определение анионов методом капиллярного электрофореза

Оборудование и реактивы

система КЭ «КАПЕЛЬ-105» (любая модификация) с отрицательной полярностью высокого напряжения; ГСО состава растворов анионов: хлорид-иона (10 мг/см³), нитрит-иона (1 мг/см³), сульфат-иона (10 мг/см³), нитрат-иона (1 мг/см³), фторид-иона (1 мг/см³), фосфат-иона (0,5 мг/см³); вода дистиллированная (по ГОСТ 6709-72); кислота соляная, х.ч.; натрия гидроксид, х.ч.; хрома (VI) оксид, ч.д.а.; цетилтриметиламмония гидроксид (ЦТА-ОН), имп., квалификации р.а.; диэтаноламин (ДЭА), имп., квалификации р.а.; глюконат кальция, ч.д.а.

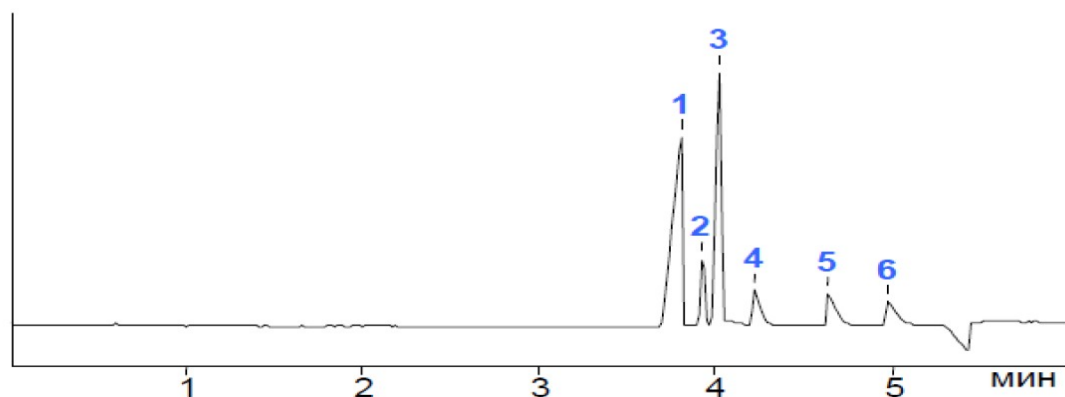
Подготовить систему капиллярного электрофореза к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Полученный диализат или отогнанную пробу фильтруют через мембранный фильтр. Затем в сухую пробирку Эппендорфа помещают 0,5 мл отфильтрованной пробы и проводят дегазацию с помощью центрифугирования или вакуумирования. Далее выполняют анализ в соответствии с рекомендуемыми условиями:

Буфер: 7 мМ CrO₃, 20 мМ диэтаноламина (ДЭА), 0,25 мМ глюконат кальция, 2 мМ ЦТА-ОН

Капилляр: Лэфф/ Лобц = 50/60 см, ID= 75 мкм

Ввод пробы: 300 мбар·с
 Напряжение: –17 кВ
 Температура: + 20 °С
 Детектирование: 375 нм, косвенное
 Время анализа: 7 минут

Пример электрофореграммы представлен на рисунке ниже.



1 – хлорид; 2- нитрит; 3 – сульфат; 4 – нитрат; 5 – фторид; 6 – фосфат.

Рис. Пример электрофореграммы градуировочной смеси

По окончании анализа проверяют правильность идентификации и разметки пиков. После каждого анализа капилляр обязательно промывается буферным раствором. Все данные заносятся в лабораторный журнал.

Перечень вопросов и заданий, выносимых на зачет

1. Характеристика электрохимических методов анализа: потенциометрии, вольтамперометрии, кулонометрии, кондуктометрии.
2. Классификация и предмет методов потенциометрии: прямая потенциометрия, потенциометрическое титрование (интегральное, дифференциальное, по второй производной). Ионметрия. Методы ионметрии: РН-метрия, катионо-, анионометрия, определение термодинамических величин, ионометрическое титрование.
3. Классическая потенциометрия. Уравнение равновесного электродного потенциала. Компенсационный способ измерения ЭДС гальванического элемента, потенциометры; электроды первого рода: металлические, металлоидные. Электроды второго рода: металлоселевые, металлоокисные. Электроды третьего рода. Газовые электроды, простые и сложные окислительно-восстановительные электроды. Редоксометрия. Электрохимические цепи первого и второго рода. Способы измерения ЭДС электрохимических цепей.
4. Ионметрия. Сущность метода. Классификация ионоселективных электродов. Электроды со стеклянными мембранами. Н⁺ – селективный электрод.
5. Стеклянные электроды с металлической функцией. Механизм переноса зарядов в стеклах. Потенциометрические способы оценки величин коэффициентов селективности: методы чистых растворов, методы смешанных растворов. Конструкции стеклянных мембранных электродов. Электроды с мембранами на основе жидких ионитов, с жидкими мембранами на основе нейтральных переносчиков. Ионоселективные электроды с твердыми гомо- и гетерогенными мембранами. Газочувствительные электроды.

6. Типы неорганических и органических ионов, определяемых с мембранными электродами. Вспомогательные хлорсеребряные электроды. Способы их получения, характеристики. Электроды сравнения в гальванических элементах с ионоселективными электродами и потенциалы жидкостных соединений. Влияние температуры на ЭДС ГЭ с ионоселективными электродами. Оборудование в ионометрии. Применение ионоселективных электродов в аналитической химии. Прямые измерения. Метод титрования до заданного значения ЭДС с использованием концентрационных элементов.
7. Методы добавок. Метод стандартных добавок при известной и неизвестной крутизне электродной функции. Метод аналатных добавок. Потенциометрическое титрование.
8. Основы инверсионных электрохимических методов. Электрохимический процесс. Эффективность предварительного накопления. Процесс растворения и методы его исследования. Вольтамперометрия со стационарными ртутными и твердыми электродами при линейном изменении потенциала. Растворение металлов из стационарных ртутных капельных и пленочных электродов. Растворение осадка с поверхности электрода. Аппаратура. Электроды сравнения и вспомогательные электроды.
9. Современные разновидности полярографии. Импульсная полярография. Дифференциальная импульсная полярография. Переменно-токовая полярография, квадратно-волновая полярография.
10. Амперометрическое титрование. Выбор условий титрования. Кривые титрования, их анализ. Аппаратура и техника выполнения амперометрического титрования с одним и двумя индикаторными электродами.
11. Кулонометрия. Законы Фарадея. Прямая и косвенная кулонометрия. Потенциостатическая кулонометрия. Гальваностатическая кулонометрия. Кулонометрическое титрование при постоянном токе.
12. Теоретические основы капиллярного электрофореза. Капиллярный электрофорез в анализе катионов и анионов.

Таблица 9. Примеры оценочных средств с ключами правильных ответов

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
Код и наименование проверяемой компетенции ПК-2 Способен выбирать технические средства и методы испытаний (исследований) для решения поставленных задач химической направленности.				
1.	Задание закрытого типа	Потенциометрическое титрование можно применить к: А. реакциям осаждения; Б. комплексообразования; В. Окисления-восстановления Г. кислотно-основного взаимодействия Д. ко всем выше указанным превращениям.	Г	5 мин
2.		В объемном кулонометре: А. катод и анод вмонтированы в центральную бюретку, заполненную раствором соли; Б. катод помещен в пористый сосуд; В. Присутствует внутренняя пробирка, которую заполняют раствором какого-либо хорошо окисляющегося или восстанавливающегося вещества.	А	5
3.		При стандартизации 2 л 0,1 моль/л раствора натрия нитрита на титрование 0,1965 г кислоты сульфаниловой (М.м. = 173,19 г/моль) пошло 11,05 мл приготовленного раствора нитрита натрия. Рассчитайте поправочный коэффициент К. Что нужно	В	10 мин

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Время выполнения (в минутах)
		сделать, чтобы поправочный коэффициент довести до нормального значения? А. $K=1,034$, разбавить Б. $K=1,012$, укрепить В. $K=1,027$, разбавить Г. $K=1,027$, укрепить		
4.		Реактив Фишера для определения содержания микроколичеств воды в полимерах содержит: А. карбид кальция, метиленхлорид; Б. иод, диоксид серы, пиридин, метанол; В. пиридин, метанол, иод С. хлороформ, иод, метанол	Б	5
5.		Стандартное отклонение среднего рассчитывают по формуле: А. $S_x = s / \sqrt{n} = \sqrt{\sum (x_i - \bar{X})^2 / n \times (n-1)}$ Б. $Q = x_2 - x_1 / x_{\max} - x_{\min}$ В. $\bar{X} \pm \Delta x = \bar{X} \pm t_{h,n} S_x = \bar{X} \pm t_{p,n} S / \sqrt{n}$ Г. $\delta_x = \Delta x \times 100\% / \bar{X}$	А	2 мин
6.	Задание открытого типа	В анализируемом растворе меди сульфата объемом 100 мл потенциал медь-селективного электрода при 25 °С составил 48 мВ. Потенциал стандартного раствора меди сульфата с близким ионным составом, который содержит 0,5 мг катиона меди в 100 мл раствора равен 52 мВ. Сколько мг меди содержится в анализируемом растворе?	По условию крутизна электродной функции равна теоретической, .е. при 25 °С составляет: $\varphi = 59,2 \text{ мВ} / 2 = 29,6 \text{ мВ}$. Сиссл. = Сстанд. / $10^{\Delta E / \varphi}$ - $V_{\text{исх.}} / V_{\text{исх.}} + V_{\text{станд.}}$ Сиссл. = $0,5 / 10^{52 / (29,6 \times 48)} = 0,46 \text{ мг}$	10 мин

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Врем я выпо лнен ия (в мину тах)
		Крутизну электродной функции принять равной теоретической.		
7.		Кулонометрический метод применяют при определении малых количеств анаболических стероидов, местноанестезирующих и других лекарственных веществ. Мешают ли определению наполнители таблеток?. Какую формулу используют для расчета количественного содержания веществ?	Наполнители таблеток не мешают определению. Для расчета количественного содержания веществ используется формула: $C = I \times t \times M.m. \times V_{\text{колбы}} \times 100\% / a \times e \times F_{\text{ф.}} \times V_{\text{пип.}}$	5 мин
8.		Каковы недостатки непрямой потенциометрии?	1. Сложность использования электродов с большим временем отклика. 2. Более высокие пределы обнаружения веществ (более 10^{-4} моль/л).	5 мин
9.		Каковы преимущества непрямой потенциометрии?	1. Результаты более точные и воспроизводимые. 2. Можно определить концентрацию веществ, на которых нет специфических ионоселективных электродов. 3. Если электроды не применимы для прямой потенциометрии вследствие износа, то они могут применяться для потенциометрического титрования (непрямой потенциометрии). 4. Правильный подбор реактивов может позволить определять ионы в присутствии мешающих ионов и проводить дифференциальное определение нескольких ионов в одной пробе. 5. В отличие от визуальных методов титриметрии,	15 мин

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Врем я выпо лнен ия (в мину тах)				
			исключает субъективизм при определении точек конца титрования. 6. Метод может быть автоматизирован. 7. Можно использовать при количественных определениях мутных и окрашенных растворов.					
		Задание комбинированного типа						
10.		Провести статистическую обработку результатов химического исследования: определения массовой доли субстанции в лекарственном препарате. Получены следующие значения: 96,6%. 95,4%, 95,5%, 96,5%, 96,2%, 94,6%, 96,7%.	Ранжируем ряд полученных значений от меньшего к большему значению: 94,6%, 95,4%, 95,5%, 96,2%, 96,5%, 96,6%. 2. Рассчитываем размах варьирования: 96,6% - 94,6% = 2%. 3. Рассчитываем Q-значение для самого меньшего, как подозрительного, значения, т.е. для 94,6% $Q = x_2 - x_1 / x_{\max} - x_{\min}$ $Q = (95,4 - 94,6) / (96,6 - 94,6) = 0,4$ Используя табличное значение Q для числа степеней свободы (n=7) при уровне достоверной вероятности в 95% составляет 0,48. $Q < Q_{\text{табл.}}$. Следовательно, проверяемое значение не является промахом и его следует оставить для статистических расчетов (табл.) Таблица. Данные по статистическому расчету химического эксперимента <table><tr><td>№ п/п</td><td>Среднее значение исследован</td><td>$x_i - X, \%$</td><td>$(x_i - X)^2, \%$</td></tr></table>	№ п/п	Среднее значение исследован	$x_i - X, \%$	$(x_i - X)^2, \%$	25 мин
№ п/п	Среднее значение исследован	$x_i - X, \%$	$(x_i - X)^2, \%$					

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ				Врем я выпо лнен ия (в мину тах)	
				ий, %				
			1	96,6	96,6 – 95,93 = +0,67	0,4489		
			2.	95,40	95,40 – 95,93 = - 0,53	0,2809		
			3.	95,50	95,50 – 95,93 = - 0,43	0,1849		
			4.	96,50	96,50 – 95,93 = +0,57	0,3249		
			5.	96,20	96,20 – 95,93 = +0,27	0,0729		
			6.	94,60	94,60 – 95,93 = -1,33	1,7689		
			7.	96,70	96,70 – 95,93 = +0,77	0,5929		
			-	95,93	-	$\Sigma(x_i - X)^2=3,6743$		
			4. Расчет стандартного отклонения: $s = \sqrt{n-1} = (3,6743 / 7-1)^{0,5} = 0,78$					

№ п/п	Тип задания	Формулировка задания	Правильный ответ	Врем я выпо лнен ия (в мину тах)
			5. Расчет относительного стандартного отклонения: $s_r = s/X = 0,78 / 59,93 = 0,00813$ 6. Расчет стандартного отклонения среднего: $S_X = s/\sqrt{n} = \sqrt{\sum(x_i - X)^2 / n \times (n-1)} = 0,78 / 7^{0,5} = 0,78 / 2,65 = 0,2943$ 7. Расчет доверительного интервала: $X \pm \Delta x = X \pm t_{h,n} S_X = X \pm t_{p,n} S / \sqrt{n}$ $\Delta W = t_{0,95,7} S_w = 2,57 \times 0,2943 = 0,756$ $W(\%) = 95,93 \pm 0,756$ 8. Расчет относительной погрешности среднего результата: $\delta_x = \Delta x \times 100\% / X = 0,756 \times 100 / 95,93 = 0,79\%$	

Полный комплект оценочных материалов по дисциплине (модулю) (фонд оценочных средств) хранится в электронном виде на кафедре, утверждающей рабочую программу дисциплины (модуля), и в Центре мониторинга и аудита качества обучения.

7.4. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания результатов обучения по дисциплине (модулю)

Таблица 10 – Технологическая карта рейтинговых баллов по дисциплине (модулю)

№ п/п	Контролируемые мероприятия	Количество мероприятий / баллы	Максимальное количество баллов	Срок представления
Основной блок				
1.	Посещение всех лекций	1	10	по расписанию
2	Выполнение и отчет по практическим занятиям	1	15	по расписанию
3	Автоматизированное тестирование на платформе Moodle	2,5	15	по расписанию
4	Участие в разборе конкретных ситуаций на практических занятиях	2,5	10	по расписанию
Всего			50	-
Блок бонусов				
8	Активность на занятии	10	по расписанию	Активность на занятии
Всего			10	-
Дополнительный блок,*				
	<i>Экзамен</i>			
Всего			50	-
ИТОГО			100	-

Таблица 11 – Система штрафов (для одного занятия)

Показатель	Балл
<i>Опоздание на занятие</i>	-0,5...
<i>Нарушение учебной дисциплины</i>	-0,5...
<i>Неготовность к занятию</i>	-1...
<i>Пропуск занятия без уважительной причины</i>	-1...

Таблица 12 – Шкала перевода рейтинговых баллов в итоговую оценку за семестр по дисциплине (модулю)

Сумма баллов	Оценка по 4-балльной шкале	
90–100	5 (отлично)	
85–89	4 (хорошо)	
75–84		
70–74		
65–69	3 (удовлетворительно)	
60–64		
Ниже 60	2 (неудовлетворительно)	

При реализации дисциплины (модуля) в зависимости от уровня подготовленности обучающихся могут быть использованы иные формы, методы контроля и оценочные средства, исходя из конкретной ситуации.

8. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

8.1. Основная литература

1. Муравьева, И. В. Методы контроля и анализа веществ : потенциометрический метод контроля и анализа веществ / И. В. Муравьева, О. Л. Скорская - Москва : МИСиС, 2012. - 45 с. - ISBN 978-5-87623-589-3. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785876235893.html> (ЭБС «Консультант студента»)
2. Валова, В. Д. Физико-химические методы анализа / Валова (Копылова) В. Д. - Москва : Дашков и К, 2010. - 224 с. - ISBN 978-5-394-00412-4. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785394004124.html> (ЭБС «Консультант студента»)
3. Хенце, Г. Полярография и вольтамперометрия. Теоретические основы и аналитическая практика / Г. Хенце - Москва : Лаборатория знаний, 2017. - 287 с. (Методы в химии) - ISBN 978-5-00101-509-3. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785001015093.htm> (ЭБС «Консультант студента»)
4. Бёккер, Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика : методы хроматографии и капиллярного электрофореза / Бёккер Ю. - М. Техносфера, 2009. - 472 с. - ISBN 978-5-94836-212-0. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785948362120.html> (ЭБС «Консультант студента»)

8.2. Дополнительная литература:

1. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа / Ю. Я. Харитонов - Москва : ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 656 с. - ISBN 978-5-9704-2941-9. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785970429419.html> (ЭБС «Консультант студента»)
2. Александрова, Т. П. Физико-химические методы анализа : учеб. -метод. пособие / Александрова Т. П. , Апарнев А. И. - Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2016. - 88 с. - ISBN 978-5-7782-2846-7. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785778228467.html> (ЭБС «Консультант студента»)
3. Сальникова, Е. В. Инструментальные методы анализа. Теоретические основы и практическое применение : учебное пособие / Сальникова Е. В. - Оренбург : ОГУ, 2017. - 121 с. - ISBN 978-5-7410-1725-8. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785741017258.html> (ЭБС «Консультант студента»)
4. Лупенко, Г. К. Физико-химические методы анализа : Лабораторный практикум : учеб. -метод. пособие / Г. К. Лупенко, А. И. Апарнев, Т. П. Александрова, А. А. Казакова - Новосибирск : Изд-во НГТУ, 2010. - 87 с. - ISBN 978-5-7782-1543-6. - Текст : электронный // ЭБС "Консультант студента" : [сайт]. - URL : <https://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785778215436.html> (ЭБС «Консультант студента»)

8.3. Интернет-ресурсы, необходимые для освоения дисциплины (модуля)

<i>Наименование интернет-ресурса</i>	<i>Сведения о ресурсе</i>
Единое окно доступа к образовательным ресурсам http://window.edu.ru	Федеральный портал (предоставляется свободный доступ)
Министерство науки и высшего образования Российской Федерации https://minobrnauki.gov.ru	
Министерство просвещения Российской Федерации https://edu.gov.ru	
Федеральное агентство по делам молодёжи (Росмолодёжь) https://fadm.gov.ru	
Федеральная служба по надзору в сфере образования и науки (Рособрнадзор) http://obrnadzor.gov.ru	
Информационно-аналитический портал государственной программы Российской Федерации «Доступная среда» http://zhit-vmeste.ru	
Российское движение школьников https://пдш.рф	

9. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

Лекции по дисциплине «Электрохимические методы в современной химии» проводятся в аудитории, снабженной доской, компьютером и проектором. Лабораторные работы проводятся в химической лаборатории, снабженной необходимыми химическими реактивами и оборудованием для изучения электрохимических процессов.

10. ОСОБЕННОСТИ РЕАЛИЗАЦИИ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ) ПРИ ОБУЧЕНИИ ИНВАЛИДОВ И ЛИЦ С ОГРАНИЧЕННЫМИ ВОЗМОЖНОСТЯМИ ЗДОРОВЬЯ

Рабочая программа дисциплины (модуля) при необходимости может быть адаптирована для обучения (в том числе с применением дистанционных образовательных технологий) лиц с ограниченными возможностями здоровья, инвалидов. Для этого требуется заявление обучающихся, являющихся лицами с ограниченными возможностями здоровья, инвалидами, или их законных представителей и рекомендации психолого-медико-педагогической комиссии. При обучении лиц с ограниченными возможностями здоровья учитываются их индивидуальные психофизические особенности. Обучение инвалидов осуществляется также в соответствии с индивидуальной программой реабилитации инвалида (при наличии).

Для лиц с нарушением слуха возможно предоставление учебной информации в визуальной форме (краткий конспект лекций; тексты заданий, напечатанные увеличенным шрифтом), на аудиторных занятиях допускается присутствие ассистента, а также сурдопереводчиков и тифлосурдопереводчиков. Текущий контроль успеваемости осуществляется в письменной форме: обучающийся письменно отвечает на вопросы, письменно выполняет практические задания. Доклад (реферат) также может быть представлен в письменной форме, при этом требования к содержанию остаются теми же, а требования к

качеству изложения материала (понятность, качество речи, взаимодействие с аудиторией и т. д.) заменяются на соответствующие требования, предъявляемые к письменным работам (качество оформления текста и списка литературы, грамотность, наличие иллюстрационных материалов и т. д.). Промежуточная аттестация для лиц с нарушениями слуха проводится в письменной форме, при этом используются общие критерии оценивания. При необходимости время подготовки к ответу может быть увеличено.

Для лиц с нарушением зрения допускается аудиальное предоставление информации, а также использование на аудиторных занятиях звукозаписывающих устройств (диктофонов и т. д.). Допускается присутствие на занятиях ассистента (помощника), оказывающего обучающимся необходимую техническую помощь. Текущий контроль успеваемости осуществляется в устной форме. При проведении промежуточной аттестации для лиц с нарушением зрения тестирование может быть заменено на устное собеседование по вопросам.

Для лиц с ограниченными возможностями здоровья, имеющих нарушения опорно-двигательного аппарата, на аудиторных занятиях, а также при проведении процедур текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации могут быть предоставлены необходимые технические средства (персональный компьютер, ноутбук или другой гаджет); допускается присутствие ассистента (ассистентов), оказывающего обучающимся необходимую техническую помощь (занять рабочее место, передвигаться по аудитории, прочесть задание, оформить ответ, общаться с преподавателем).